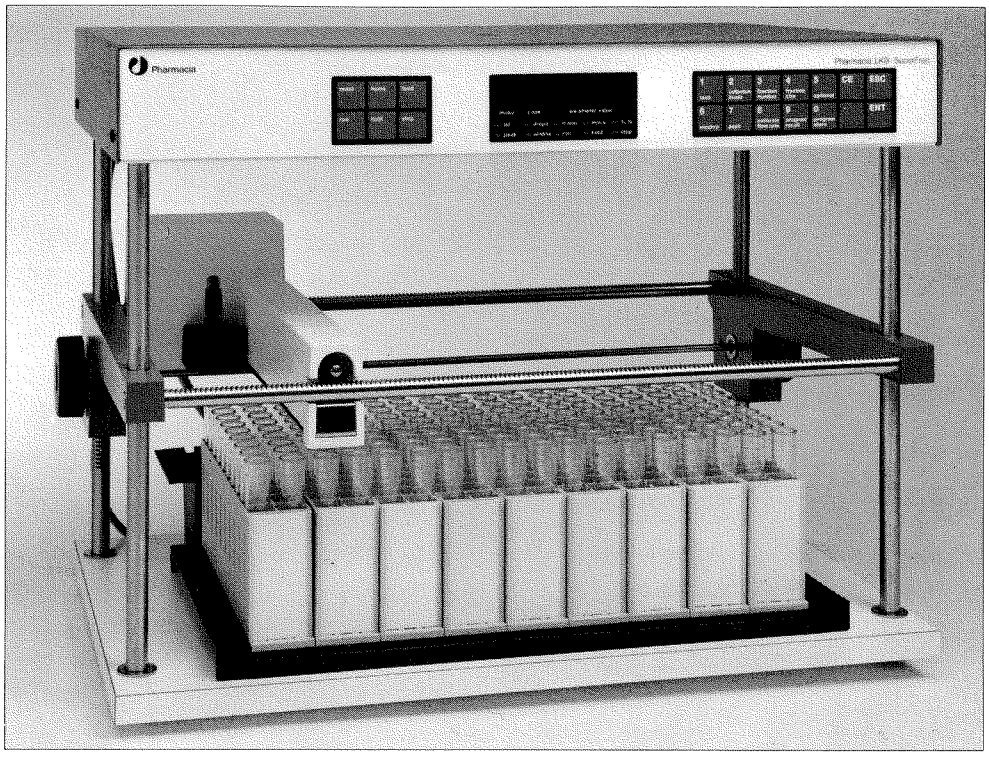
Fraction Collector SuperFrac™



User Manual

71-0327-01

GE imagination at work

ユーザー・インフォーメーション(重要)

本製品の使用法を充分理解していただくため、この取扱説明書を必ずお読み下さい。

本装置付属の取扱説明書中、上にある様な正三角形中の感嘆符は、操作・保守指針上重要な箇所にユーザーの注意を引くためのものです。

本取扱説明書にご質問やご意見のある方は、下記にご連絡ください。

ファルマシアLKBバイオテクノロジー
ファルマシアバイオシステムズ株式会社
本社：〒141 東京都品川区上大崎4-5-37 本多電気ビル
☎(03)3492-9481

予告なく仕様を変更することがありますので、ご了承ください。

保証と責任

納入された製品は、印刷された仕様書に合致するよう充分に検査されています。納入条件に包含されている保証は製品がファルマシアLKBバイオテクノロジー社から提供する指針書に従って設置・運転された場合にのみ有効です。

ファルマシアLKBバイオテクノロジー社は、過失または不適切な製品の使用による偶然または必然の事故に対し、利益の損失、収入の喪失、事業機会の喪失、使用不可その他関連する事件を含めいかなる場合でも責任を負いません。

商標

SuperFrac™、FPLC®、MicroPerpex™はファルマシア社の登録商標です。商標侵害の危険性の観点から、これらの記号を使用しようとする業者は、その著作中に少なくとも一回は商標の出所を記載して下さい。

版権© 1990年ファルマシアLKB バイオテクノロジーAB

全ての版権所有。本出版物のいかなる部分も弊社の文書による承認なしには如何なる形式、如何なる手段によっても複製、改変、送付をしてはならない。

目次

第１部 …… 1

1. はじめに …… 1

2. 総　論 …… 2

2.1 前面パネル …… 2

2.1.1 操作コマンドキー …… 2

2.1.2 プログラムコマンドキー …… 3

2.1.3 ディスプレー …… 4

2.2 背面パネル …… 5

2.3 ラックタイプ …… 6

2.4 デリバリードロップヘッド …… 7

2.5 オプションアクセサリー …… 7

2.5.1 フローストッパーバルブ …… 7

2.5.2 3方バルブ …… 7

2.5.3 Wallac トレイ …… 8

2.5.4 ケーブル …… 8

2.5.5 デュアルカラムアダプター …… 9

2.5.6 HiFlo ラックキット …… 9

3. 設置および簡易マニュアル …… 10

3.1 開梱 …… 10

3.2 主装置の設置およびプログラミング …… 10

3.3 デリバリードロップヘッドの高さ調整 …… 12

3.4 外部イヴェントマーク …… 12

3.5 配管接続 …… 12

4. 操　作 …… 13

4.1 基本プログラミング手順 - menu 1-4 …… 13

4.2 付加機能パラメーター …… 14

4.2.1 オプション - menu 5 …… 14

4.2.2 ウインドウ - menu 6 …… 15

4.2.3 ピーク - menu 7 …… 15

4.2.4 ポンプ検量 - menu 8 …… 18

4.2.5 プログラムの保存および呼出 - menu 9、0 …… 18

5．指針プログラミング ……19
5.1　メニューの使い方 ……19
5.1.1　menu 1 - ラック ……20
5.1.2　menu 2 - 分取モード ……21
5.1.3　menu 3 - 分画番号 ……22
5.1.4　menu 4 - 分画量 ……22
5.1.5　menu 5 - オプション ……23
5.1.6　menu 6 - ウインドウ ……24
5.1.7　menu 7 - ピーク ……25
5.1.8　menu 8 - 流速検量 ……26
5.1.9　menu 9 - 呼出 ……27
5.1.10　menu 0 - 保存 ……28
5.2　パラメーター値の変更方法 ……28
5.3　運転中のパラメーター値の表示方法 ……28
5.4　保存プログラムの変更方法 ……29
5.5　小数点コマンドキーの使い方 ……29
5.6　チェックコード ……29
6．リモートコントロール ……30
6.1　繰り返し分取 ……30
6.1.1　FPLCコントローラーに接続したSuperFrac ……30
6.1.2　HPLCコントローラーに接続したSuperFrac …30
7．保　守 ……31
8．トラブルシューティング ……32
9．技術仕様 ……33
10．アクセサリーおよびスペアーパーツ ……36

第2部 ……37
1．繰り返し分取の応用 ……37
1.1　LCC-501 Plus に制御されたSuperFrac ……37
1.1.1　一メソッドのリサイクリング ……37
1.1.2　リンクメソッドのリサイクリング ……38
1.2　LC Controller 2252に制御されたSuperFrac ……40
1.2.1　一メソッドまたはリンクメソッドのリサイクリング ……40
2．付　録 ……41
1.1　ピーク検出器 ……41
1.2　さらに進んだプログラミング ……43

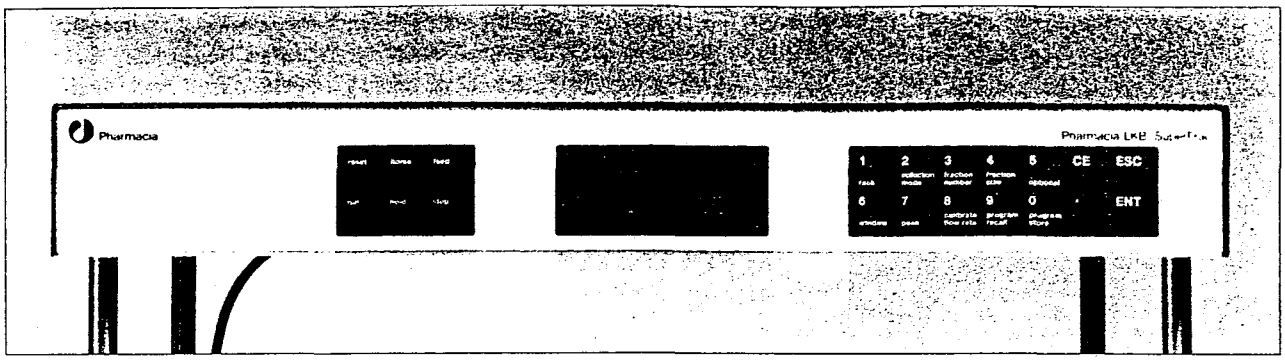
第1部

1. はじめに

フラクションコレクターSuperFrac™(コード番号 18-1010-10)は、様々なユーザーのきびしい要望に応じ各分画またはピークを分取することのできる、洗練され進んだ機能を持つフラクションコレクターです。
操作を簡単にするため、内蔵マイクロプロセッサーがユーザーの基本プログラミングシーケンスを支援します。最適な機能とパラメーターは独立にプログラムされます。
SuperFracにより正確なピーク分取、タイムウインドー分取、その他の進んだ手法を行うことができます。
ピークスロープ分取およびタイムウインドー分取は実験室規模およびパイロット規模での繰り返し分取操作に特に有用であり、そのためには多数の大容量試験管を設置することのできるSuperFrac の機能が不可欠となります。
分取モードの多様な組み合せにより、SuperFrac は、現在最も柔軟性のあるフラクションコレクターとなっています。LCC-501 Plus または LC Controller 2252 により遠隔操作をする場合、SuperFracはループの繰り返し分取が可能になります。この方法はFPLC®またはHPLCによる大容量の分取操作に有用です。SuperFrac は9種類の完全なプログラムに対して、すべてのパラメーターを保存することができます。
SuperFrac はまた、ペリスタルティックポンプ、UVモニター、レコーダー等のファルマシアLKBの他の装置と共に作動する様に設計されており、ユーザーの要望にあう統合されたクロマトグラフィーシステムを組み立てることができる、フラクションコレクターです。
なお、LCC-500 PlusについてもLCC-501 Plus同様、お使いいただけます。また、LC Controller 2252は現在、販売しておりません。

2. 総　　論

SuperFrac の主要部分は制御モジュール、ラックおよびデリバリードロップヘッドアセンブリーである。
制御モジュールは漏れや突発的なオーバーフローによる損傷をさけるため、ウェットエリアより上部に取り付けられている。パラメーター値は前面パネルでプログラムされる。デジタルディスプレー上にはあらかじめ設定されたパラメーターおよびその現在値が表示される。



第1図 前面パネル

2.1　前面パネル

キーボードは耐薬品性に優れた樹脂製である。
前面パネル上のキーとディスプレーは、操作コマンドキー、プログラムコマンドキー、ディスプレーの3つのグループに分けられる。

2.1.1　操作コマンドキー

OPERATION COMMAND キーと名付けられたキーにより操作を制御する。その機能は以下の通りである。

reset

プログラムされたすべてのパラメーターをリセットしデフォルト値にするが、少なくとも2秒間押さなければならない。SuperFrac がリセット状態にあるときは rA- がディスプレーに表示される。rA- がスクリーン上に現れる直前にソフトウェアプログラムの状況、例えば "プログラム・バージョンナンバー＃1" を意味する P1 が表示される。

home

ランを中断する。ドロップデリバリーヘッドを廃液溶器上のスタート位置に移動する。すべてのカウンターはゼロにリセットされる。

feed

デリバリーヘッドを次の試験管に進める。

run

分画採取を開始する。レコーダー、ポンプ等の周辺機器も始動する。中断されたプログラムを再開する。

hold

SuperFrac は廃液モードへ切り替わる。分画はholdの間、プログラムされた廃液サイズだけ集められる。
廃液サイズがプログラムされていない場合、廃液サイズはholdの間、分画サイズに等しくなる。
時間等のパラメーター値はリセットされる。
三方バルブ等のオプション流路切換器が接続されている場合、流出液は廃液槽へ向かう。
周辺機器はholdコマンドに影響されない。

stop

フラクション・コレクターおよびすべての周辺機器を停止する。(SuperFrac がFPLC® システムの LCC-501 Plus または GP-250 Plus、またはHLPCシステムのLC2252で制御されている場合を除く)。

2.1.2 プログラムコマンドキー

プログラムコマンドキーは以下の通り。

CE

プログラムの誤入力をクリアする。

ESC

プログラムシーケンスから抜け出す場合 ESCAPE キーを使用する。
ラン中の現在値を表示する。

.

ディスプレーに小数点を入力する。

ENT

各プログラムステップは ENT を押して完了しなければならない。これによってパラメーターが二次メモリーに入力される。

1
rack

プログラムされたラックタイプを表示し、新しいラックタイプをプログラム可能にする。

2
collection
mode

プログラムされた分取モードを表示し、新しい分取モードをプログラム可能にする。

3
fraction
number

プログラムされた分画番号またはデフォルト値を表示し、新しい数値をプログラム可能にする。

4
fraction
size

プログラムされた分画サイズを表示し、新しい分画サイズをプログラム可能にする。

5
optional

プログラムされたオプションパラメーターを表示し、また新しいオプションパラメーターのプログラムを可能にする。
オプションパラメーターには廃液、終了時間、ディレイサイズ、平衡時間、待ち時間および時間スケールがある。

6
window

選択したプログラムされたウインドー値を表示し、新しい値のプログラムを可能にする。

7
peak

プログラムされた値を表示し、ピーク検出またはレベル検知の新しい定義をプログラム可能にする。
0 (デフォルト値)はピーク／レベル機能がプログラムされていないことを意味する。
1 はピーク検出機能がプログラムされていることを意味する。
2 はレベル検知機能がプログラムされていることを意味する。

8
calibrate
flow rate

ポンプに対するプログラムされた検量値(パルス数／0.1 ml)を表示し、新しい値のプログラムを可能にする。
容量モードで分取を行う場合は検量値を入力しなければならない。

9
program
recall

二次メモリーに保存されたプログラムを呼び出す。 1から9の適当な値を入力する。
Err はプログラムが二次メモリーに保存されていないことを示し、**rdy** は呼び出されたプログラムが使用可能なことを示す。

0
program
store

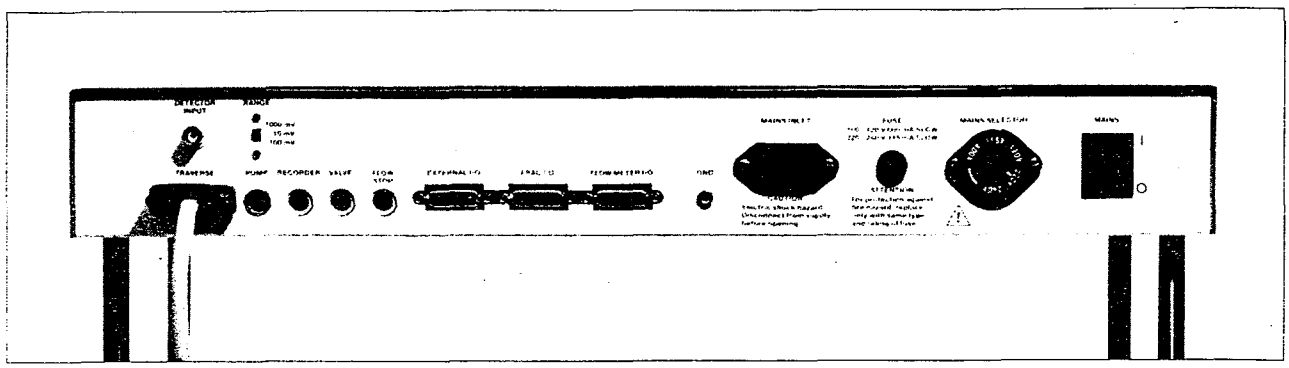
二次メモリーに分画パラメーターをプログラミングしている間、入力されたすべての情報を保存する。9プログラムまで保存できる。

2.1.3 ディスプレー

前面パネル上のディスプレーには **menu**、**code**および **parameter value** の3つのウインドーがある。
menuのウインドーに表示された数値は選択したメニューの機能を示している。例えば〝1〟はラックのタイプを設定するメニューを示している。
codeのウインドーに表示される数値は各メニューのサブプログラムの設定を示している。
parameter value のウインドーには、現在のパラメーター値が表示される。

ml、drop、h:min、min:s、‰FSD に対応するLEDは現在表示されているパラメーターを示す。
peak、window、run、hold、stop に対応するLEDは現在の分画分取に関する情報を与える。

2.2 背面パネル



第2図 背面パネル

-**MAINS、ON/OFF**：主電源スイッチ。ONにしたときSuperFrac に電力を供給し、ディスプレーにrdyが表示される。

-**MAINS SELECTER**：正規電圧設定用。100、115、120、220、240V間で選択する。選択された電圧は白いマークで表示される。

-**FUSE holder**：メインヒューズ。1×600 mA、120V，60Hz用、
1×315 mA、220V，50Hz用。

-**GND**：接地、接続した機器間のポテンシャル電圧を等しくする。バナナケーブルでGNDと接続。

-**FLOWMETER I/O(imput/output)**：流量計接続用

-**FRAC I/O**：LCC-501法がループリンク指針を含まない場合のLiquid Chromatography Controller LCC-501Plus 接続用。 コミュニケーションケーブルCode No. 19-6005-02 を介して接続。
Gradient Programmer GP-250 Plus 接続用。
Pump P-1、Pump P-500、Pump-6000接続用。 コミュニケーションケーブル Code No. 19-6005-02 を介して接続。

-**External I/O**： LCC-501 Plus 法がループリンク指針を含む場合のLCC-501 Plus 接続用。コミュニケーションケーブルCode No. 18-1002-09を介して接続。Code No. 19-6005-02 ケーブルを介してLC Controller 2252接続用、M3ネジを使用。

-**Flow Stop**：Flow Stopper Valve Code No. 80-1066-41接続用。
試験管送り中、流れを止める。

-**VALVE**：三方バルブ Code No. 80-1066-42 接続用。

-**RECORDER**：ケーブルCode No. 80-1035-04を介してレコーダーREC 1、REC 2、REC101、REC 102接続用。

-**PUMP**：インターフェースケーブルCode No. 80-1066-15を介してMicroPerpex ポンプ接続用。

Pump 2248、Pump 2150等 の HPLC ポンプは Fisher/Fisher ケーブル Code No. 80-1035-04を介してSuperFracに接続する。

-**TRAVERSE**：デリバリードロップヘッドカウンターを含む。X-、Y-軸調整は工場で行われている。

警告：TRAVERSEを取り外すと機械に重大な損傷を与える。修理が必要な場合はサービスエンジニアに連絡のこと。

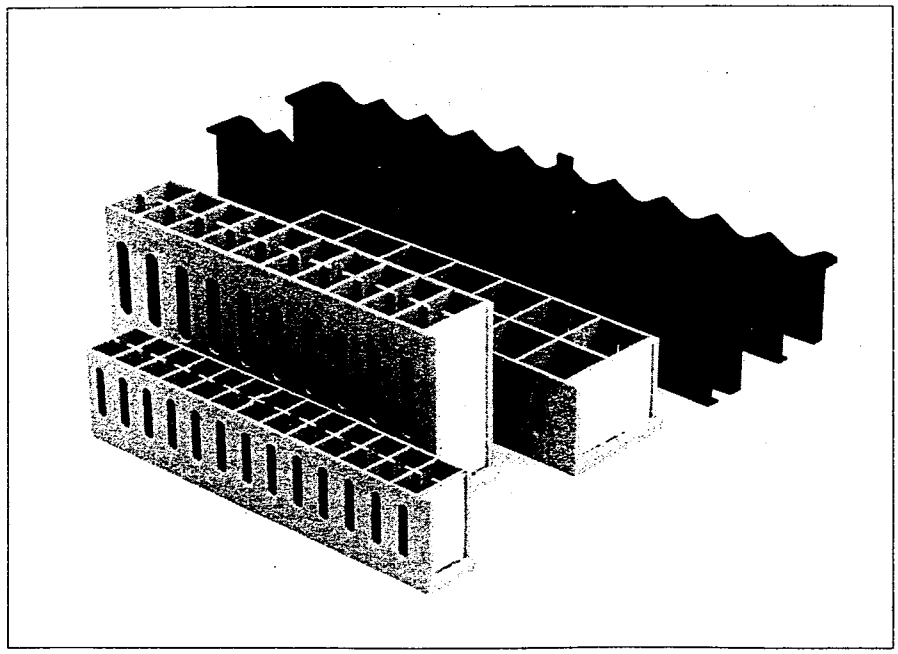
-**DETECTER INPUT**:UVモニターとの接続には下記のケーブルをお使い下さい。

UV Monitor	Cable	Code No.
UV-1	BNC-Banana cable	80-1080-53
UV-M II	BNC-Banana cable	80-1080-53
Uvicord SD	BNC/BNC + T-joint cable	80-1066-32
Uvicord SII	BNC/BNC + T-joint cable	80-1066-32
VWM (Variable Wavelength Monitor)	BNC/BNC + T-joint cable	80-1066-32

-**RANGE**：モニター信号10、100、1000 mV選択用。

2.3 ラックタイプ

SuperFrac は5種類の標準ラック(A-E、第3図参照)に対しあらかじめプログラムされている。その他のサイズの容器用の6番目のラックタイプ(F)に対しては手動でプログラムしなければならない。
技術的仕様に関しては、表1参照。



第3図 使用可能なラックタイプ

ラックはSuperFrac の棚に合う特製トレイ上に置かれる。これにより、ラックはデリバリードロップヘッドの下の正しい位置に確実に保持される。トレイはSuperFrac から取り外し、フラクションコレクターからの出し入れに使用できる。

表1 SuperFrac のラックタイプ

ラックタイプ	試験管直径 (mm)	試験管数/ラック	トレイ上の最大ラック数	計
A	12-13	26	12	312
B	16-18	20	9	180
C	シンチレーションバイアル (28mm)	14	6	84
C	HiFlowラック用ロート*	7	12	84
D	Wallacシンチレーションバイアル (16-18mm)	15	8	120
E	Wallacシンチレーションバイアル (28mm)	10	6	60
F	任意の直径の容器がOC可能	25		25

*大量分取用、第4図参照

ラックA、B では試験管を垂直に立てるための内蔵スプリング付。ラックタイプA、B、Cにはそれぞれ対応する文字が記され、前面に取り外し、洗浄可能なラベルがある。ラックはポリプロピレン製。

2.4 デリバリードロップヘッド

デリバリードロップヘッドは2つの水平ガイド上に取り付けられている。デリバリードロップヘッドの高さは、側面の 2 つの黒いノブで調整できる。ドロップヘッドはX-Y方向に2つのモーターにより移動する。ラックの列を一コマごとに移動し、さらに次の列へと移動する。
ドロップヘッドには、赤外線ランプと光学センサーによるドロップカウンターが含まれる。

2.5 オプションアクセサリー

2.5.1 フローストッパーバルブ

フローストッパーバルブ(Code No. 80-1066-41)は試験管送りの間、ドロップデリバリーヘッドのノズルからの流れを遮断する。

注意 HPLC/FPLC 実験ではフローストッパーを使用することは好ましくない。HPLC、FPLC、ポンプは試験管送りの間停止せず、 UVモニターフローセルに過剰の圧力が加わりモニター信号の乱れまたは漏れの原因となる。

2.5.2 3方バルブ

3方バルブ(Code No. 80-1066-42)はSuperFrac で制御される。SuperFrac がWASTEモードのときバルブは廃液へ直接流れる。
3方バルブはUVモニターとデリバリードロップヘッドの間にあり背面パネルのSuperFrac バルブ接続端子に接続される。

注意 バルブに重大な損傷を与える無機塩結晶の析出を避けるため、バルブを定期的に洗浄することが必要。
双方の出口を洗浄しなければならない。このための便利な方法は、蒸留水をフラッシュしている間にバルブが2つの位置の間で切り替わる、簡単な洗浄プログラムをセットアップすることである。

2.5.3 Wallacトレイ

Wallacのシンチレーションラックが使用されるとき、このトレイを使用する。
(ラックD-E)

2.5.4 ケーブル

SuperFrac に他の周辺機器を接続する場合、以下のケーブルを使用する。

表2 ケーブル

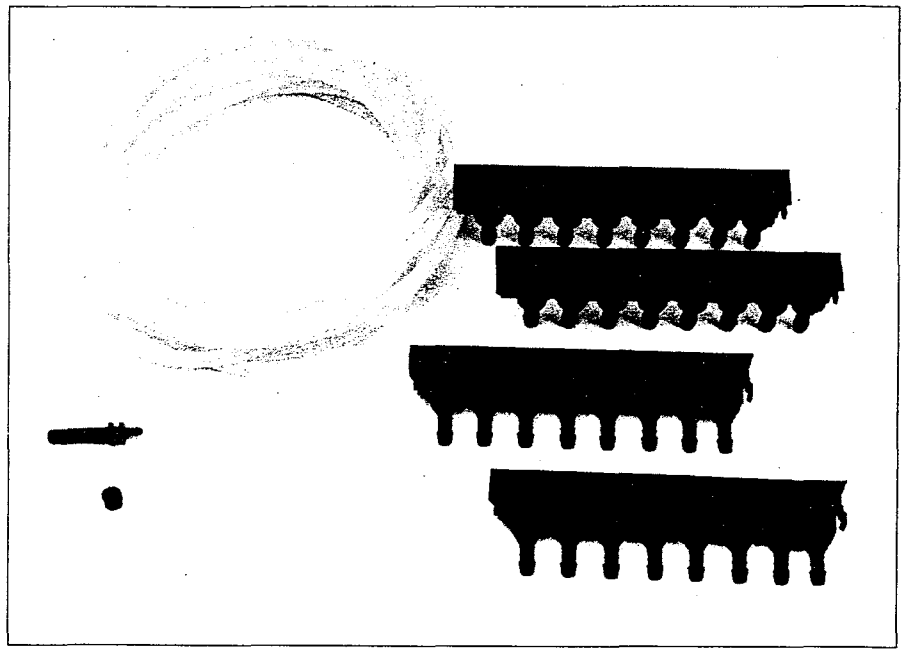
機器名	SuperFracへのケーブル	コード番号
Uvicord® SII Monitor	BNC/BNC+T-joint	80-1066-32
Uvicord SD Monitor	BNC/BNC+T-joint	80-1066-32
VWM Monitor	BNC/BNC+T-joint	80-1066-32
Monitor UV-MII	BNC to open wire, modified from BNC-Banana	80-1080-53
Moniter UV-1	BNC to open wire, modified from BNC-Banana	80-1080-53
Pump P-1	15-pole D-sub	19-6005-02
MicroPerpex Pump	6-pole Fisher-Lemo	80-1066-35
MicroPerpex S Pump	6-pole Fisher-Lemo	80-1066-35
Pump P-500	15-pole D-sub	19-6005-02
Pump P-6000	15-pole D-sub	19-6005-02
GP-250 Plus/LCC-500 Plus for recycling of one method	15-pole D-sub	19-6005-02
GP-250 Plus/LCC-500 Plus for recycling of linked methods	15-pole D-sub	18-1002-09
LC Controller 2252	15-pole D-sub+3M screws	19-6005-02
HPLC Pump 2248	6-pole Fisher-Fisher	80-1035-04
HPLC Pump 2150	6-pole Fisher-Fisher	80-1035-04
REC 1 & REC 2	6-pole Fisher-Fisher	80-1035-04
REC 101 & REC 102	6-pole Fisher-Fisher	80-1035-04

2.5.5 デュアルカラムアダプター

2つのカラムが同一の条件で運転されている場合、2重分取の目的で“slave”ドロップノズルアダプターが使用される。トレイ上の試験管の半分は1つのカラムからの液体の分取に使用され、残りの半分は2番目のカラムからの液体の分取に使われる。

2.5.6 HiFloラックキット

HiFloラックキットには、非常に速い流速での分取分画用アクセサリーが入っている。キットにはHiFloロート4個、HiFloドロップノズル、試験管ホルダー、内径8mm、外径12mmのシリコンチューブ20m、内径4mm、外径6mmのシリコンチューブ10mが含まれている。取付キットも含まれる。



第4図 HiFloラックキット

3. 設置および簡易マニュアル

3.1 開梱

Fraction Collector SuperFrac を注意深く開梱し、付属の梱包リストで内容物をチェックして下さい。運送中の損傷があった場合は、最寄りのファルマシアLKB 代理店および運送会社へご連絡下さい。将来移送する予定がある場合は梱包材料を保管しておくことをすすめます。

3.2 主装置の設置およびプログラミング

本装置を電源にはじめて接続する前に、この取扱説明書をお読み下さい。

1. 本取扱説明書と共に提供される装置には2つのメインケーブルキットが含まれる。地域電源電圧に合ったキットをえらび、不要のキットは直ちに廃棄する。
2. 電源セレクターを地域電源電圧にセットする。選択された電圧は白いマークで表示される。
3. 背面パネルに正しいヒューズを挿入する。100/120 V に対しては600mA、220/240 V に対しては315mA。
4. ドロップヘッドアセンブリーの輸送用ゴムバンドを外す。
5. 移送用モーターケーブルが背面パネルの "TRAVERSE" ソケットに接続されていることをチェックする。
6. 液体注入チューブをコントロールモジュールの孔に下向きに通してドロップヘッドに接続する。チューブクランプはその側面を下から軽く押すと開く。ドロップヘッドはラックエリア全体を移動するので、センタークランプとドロップヘッドの間は充分な長さをとらなければならない。しかし、チューブの長さはできるだけ短い方がよい。
7. 廃液溶器をベースプレートを横切って位置決めピンの上まですべらせる。
8. 選択した適当な番号のラックタイプのラックを位置決めピンの上まですべらせる。
9. 電源をONにする。ディスプレー上にrdyが表示され、SuperFrac がランできる状態にあることが表示される。
   注意 P1に続きrA-が表示されたらメモリーが失われている。4.1節の基本プログラミング手順参照。
10. デリバリードロップヘッドの高さを、最も高い容器の頭をクリアするように調節する。3.3節参照。
11. 以下の基本プログラミング手順に従って SuperFrac をプログラムする。
    1.ラックタイプ
    2.分取モード
    3.分画数
    4.分画サイズ
    基本プログラミング手順は表3、4.1節参照。

表3．基本プログラミング手順

Display Menu	Code	Parameter value	Comments	
1	1	rA-	Select rack type 1 rack type A 2 rack type B 3 rack type C 4 rack type D 5 rack type E 6 rack type F	
2	1		Select collection mode 1 volume 2 drops 3 time	 ml h:min., min:s
3		0	Select fraction number	
4		00.00	Select fraction size	ml drop h:min, min:s

付加機能プログラミング

Display Menu	Code	Parameter value	Comments	
5	1		Select optional waste size	 ml drop h:min, min:s
	2		end time	h:min
	3		delay size	ml, drop, min:s
	4		equilibration time	h:min
	5		wait time	h:min
	6		time scale 1 size* in min:s, window in h:min 2 size* in min:s, window in min:s 3 size* in h:min, window in h:min	
6	1		Select window 1 window number 2 start time 3 end time	 h:min, min:s h:min, min:s
7	1		Select peak 1 peak set 0 = none 1 = peak detection** 2 = level sensing	
	2		threshold	(‰ FSD)
	3		peak width	min:s
	4		isocratic point	h:min
	5		asymmetry	
8			Select calibrate constant volume	 pulse/0.l ml
9			Select recall recall program	 1-9
0			Select store store program	 1-9

＊　分画サイズおよび廃液サイズ

＊＊ ピーク検出機能が選択されている場合、指令コード2および3(閾値およびピーク幅)が設定されなければならない。
レベル検知機能が選択されている場合には、閾知(コード2)のみが設定される。

12. runを押して SuperFrac をスタートさせる。

13. 終了時間、ディレイサイズ等の追加 オプションパラメーターは独立にプログラムされる。ディレイサイズは分画サイズと同じ単位(体積、ドロップ数、時間)を持つ。

14. 試験管数を節約するため、タイムウインドウ機能が使用される。

15. ピーク検出またはレベル検知のため、SuperFrac を検出器とアナログ出力で接続する。

16. ピーク検出のためのイソクラティックポイントおよび非対称因子パラメーターをオプションとして追加設定することも可能である。

注意 特別に高速の HPLC では、ピークパラメーターの至適化が必要な場合がある。第5章の Menu 7 -peak 参照。

3.3 デリバリードロップヘッドの高さ調整

デリバリードロップヘッドは2つの水平ガイドの上に取り付けられており、高さは、 SuperFrac の各側面の黒いノブで調整できる。初め容器の1列目に沿って動き、ついで次の列へステップしていくと、2台のモーターで x-y パターンで駆動される。

3.4 外部イヴェントマーク

SuperFrac のイヴェントマーク機能は、チャートレコーダーのイヴェントマーク入力に接続され、クロマトグラム上に試験管送り位置を表示する。SuperFrac のRECORDER出力とレコーダー間の接続にはFisher/Fisher ケーブルを使用する。

3.5 配管接続

本節ではフローストッパーバルブと3方バルブへの配管接続について説明する。
鋭い手術用メスまたはカミソリの刃が必要。
注意 締め込みフィッティングは再使用してはならない。

1 テフロンチューブの末端を斜めに切る。
2 切断末端にネジと締め込みフィッティングをはめ込む。
3 テフロンチューブの末端をプライヤーで固定し、締め込みフィッティングをチューブの傷のない場所まで引き戻す。
4 テフロンチューブ上の締め込みフィッティングを、テフロンチューブの壁に食い込み、チューブを固くつかむまで回転させる。締め込みフィッティングの端からチューブを切り離すには手術用メスを使用する。チューブをバルブにつなぐ。ネジを手で締め込む。

4. 操　作

SuperFrac のプログラミングは2つのセクションに分かれる。第一は必須の基本プログラミングであり、第二はより進んだ分取機能のためのオプションパラメーターである。

4.1 基本プログラミング手順 -menu 1-4

基本プログラミングシーケンスパラメーターはどの様な分取を行うにも必須のものである。このシーケンスのプログラミングはメニュー、コード、ウインドウの順に行う。
表示が点滅しているところのパラメーターを入力しENTで確定する。ついでシーケンスの次の項目が点滅し始める。シーケンスが完了したら、ディスプレーには**rdy** (ready)と表示される。

電源をONしたのち、プログラムは以下のように進行する。

1. **ラックタイプ - menu 1**
   ディスプレーは**1**と**rA-** を点滅する。使用するラックにどの様な文字(A、B、C)が記されているかチェックし、対応する番号(1=A、2=B、等)を入力ENT で確定する。

2. **分取モード - menu 2**
   体積、ドロップ、時間が1、2、3をそれぞれ入力することにより選択される。時間モードの場合、h:min または min:s の選択は時間スケールの選択による。5節 Menu 5 - code 6参照。体積モードmlでは、装置の検量を行わなければならない。
   プログラムされた検量常数の初期設定値は10である。

3. **分画数 - menu 3**
   プログラムシーケンスは分画(試験管)数へ進み、分取したい分画数を質問してくる。 必要な試験管数を入力し、ENTを押す。 ランの間にこの数に達した時、デリバリードロップヘッドはスタート位置に戻りSuperFrac は **rdy** を表示する。

4. **分画サイズ - menu 4**
   このメニューでは分画サイズが決められる。採取モードは体積(ml)、ドロップ、時間(h:minまたはmin:s)のいずれかである。
   体積モードでは、分画サイズは接続したポンプからのパルス数で表現される。従ってパルス当りポンプから供給される体積を決めなければならない。正確な自動体積分取のためには、ポンプを検量しなければならない。この過程は、5節 menu 8 -流速補正で説明する。
   注意　検量が間違っている場合、何等の表示やチェックコードもディスプレーに現れないので、フラクションコレクターの補正を忘れないように。デフォルト値は10に設定されている。
   ドロップモードにはデフォルト値はない。必要なドロップ数を入力し、ENT で確定することが必要。
   注意　時間ベースの分取に対して、ディスプレーは分と全秒数(または時間と全分数)を表示していることを忘れないよう。例えば、90秒は1分と30秒(01.30)としてプログラムされるのであり、01.50ではない。

SuperFrac はこれで新しい分取ができる状態となり、**rdy** (ready)がディスプレーに表示される。

4.2 付加機能パラメーター

4.2.1 オプション -menu 5

Code 1 waste size
SuperFrac は以下の状況下の間、waste sizeにスイッチされる。
- ウィンドウ範囲外
- ピーク範囲外
- ホールドモード中
- 閾値以下

waste sizeは、fraction size と同じ単位で表され、そのデフォルト値は選ばれた分画サイズと同じである。

Code 2 - end time
end timeは、プログラムされた分画数に達していない場合でもSuperFrac が分画を停止する時間を決める。終了時間に対するデフォルト値は99時間59秒である。

Code 3 - delay
delay(遅延)機能は、配管系における検出器フローセルとドロップヘッドの間のデッドボリュームを補正する。従って試験管送りは配管の体積にかかわらず検出器信号と同期する。

Sephadex® またはSepharose® のようなゲルを使用するスタンダードクロマトグラフィーでは、デッドボリュームは通常、分画サイズに比べて小さく、無視することができる。
もしそうでない場合、(例えばFPLCまたはHPLCの場合)**delay volume**(遅延容積)は以下のようにして決められる。

検出器とドロップヘッドの間の配管を空にする。水の入った注射器をドロップヘッド末端の配管チューブにつなぐ。液体がフローセルに現れるまで、配管チューブを液体で満たす。注射器から排出された容積を読み取る。フラクションコレクターが試験管送りを遅らせるこの体積を、分画サイズと同じ単位でプログラムする。

注意 分画サイズの6倍より小さいディレイサイズのみが許容される。コマンドフィード(パネルまたは15ピンコネクターを介した遠隔操作)が用いられる場合、ディレイサイズは分画サイズの5倍より小さくなければならない。

Code 4 - equilibrium
equilibrium(平衡化)機能により、スタンダードクロマトグラフィー・ゲルを使用している場合、カラムの自動再生を行うことができる。平衡化時間はひとつのランが完了したときから開始する。接続されたポンプは働き続けるが、他の周辺機器は停止する。
プログラム出来る範囲は 0から99時間59分であり、デフォルト値は 0である。

Code 5 - wait time
wait(待機)機能は、分画を開始する前にカラムボイド体積を廃液容器へ流すようにするために用いられる。したがって、run を押した場合、デリバリードロップヘッドはwaitで設定した時間が経過するまで廃液容器の上にとどまる。
3方バルブが接続された場合、流出液は待機時間中廃液へ分流する。
注意 **wait**は時間単位でのみプログラムされ、そのデフォルト値は 0である。

Code 6 - time scale
time scale(時間スケール)機能は min:sからh:minへ変換、またはその逆の場合に使用される。
時間スケール機能は時間ウインドウ機能、分画サイズ(時間)、廃液サイズ(時間)、およびディレイ(時間)に影響する。

4.2.2 ウインドウ - menu 6

タイムウインドウ機能を働かせることにより、溶出時間が分かっている場合、繰り返しクロマトグラフィー作業の試験管本数を節約できる。ウインドウで割り当てられた時間中、SuperFrac は選択された分画サイズで設定される分画を行う。時間ウインドウの外ではプログラムされた廃液サイズに応じて分画が行われる。3方バルブが接続されている場合、溶出液は廃液溶器に向かう。

9個の時間ウインドウまでプログラムすることが可能である。個々の時間ウインドウを定義するため、開始および終了時間をセットしなければならない。デフォルトとしての時間単位は分と秒(min:s)で表されるが、時間スケール(menu 5、code 6)を用いて時間と分(h:min)に変換可能である。

2つの時間ウインドウのプログラミングは5節の完全なプログラミング指針(menu 6 - window)に示される。

注意 ウインドウは相互に重なり合うことはできないが、ひとつのウインドウ終了と同時に次のウインドウを開始することは可能である。

ウインドウが何も割り当てられていない場合、ウインドウ1 の開始時間はデフォルトとして0 に、終了時間は99時間59分にセットされる。

特定のウインドウを消去することができる。5節の完全プログラミング指針(Menu 6 - window)参照。

注意 時間ウインドウが開始または終了するとデリバリーヘッドは自動的に1ステップ移動し新しい試験管へ移る。

4.2.3 ピーク - menu 7

menu 7 peak ではパラメータ1 または2を選択することにより、ピーク検出またはレベル検知を指定することができる。

0 はpeak/level機能がプログラムされていないことを意味する。
1 はピーク検出機能がプログラムされていることを意味する。
2 はレベル検知機能がプログラムされていることを意味する。

4.2.3.1 ピーク検出

SuperFrac には、真のピークとベースラインの乱れとを正確に区別する精巧なピーク検出器が含まれている。ピーク検出器は検出器信号の傾斜をモニターし、モニター信号の一次微分 da/dt により SuperFrac は開始、終了点でピークをカットする。

ピークとピークの間ではフラクションコレクターはWASTE へ切り替わり、流れは3方バルブを通して廃液へ向かう。ピークが分取されている時はピークのLED が点灯する。

ピーク検出のためセットされる4つのパラメーター(code)のうち2つは操作に関して任意のものである。パラメーターは以下の通り。

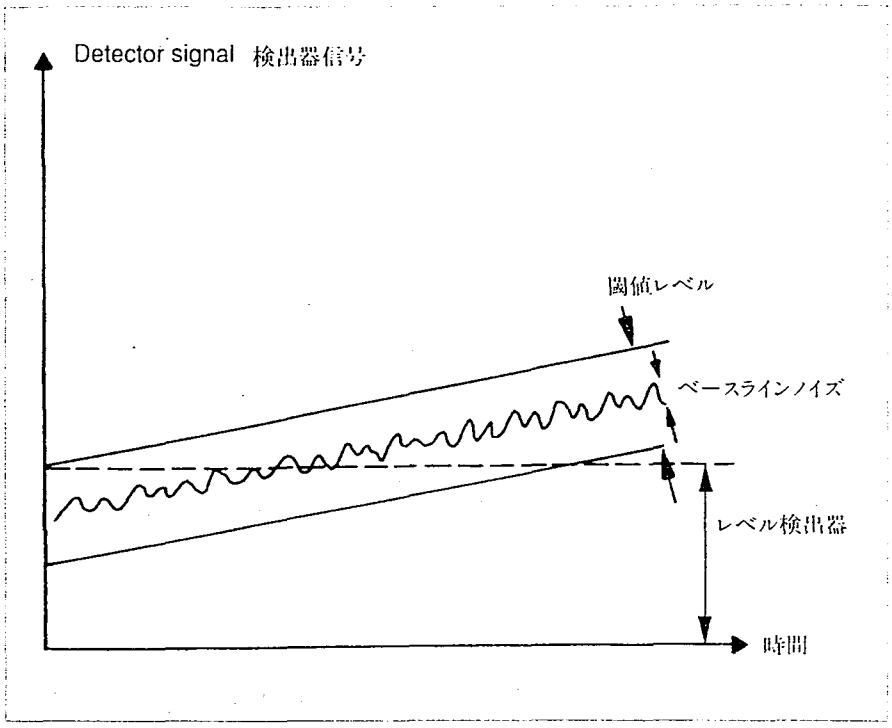
- 閾値
- ピーク幅

次の2つはオプション

- イソクラティックポイント
- 非対称因子

ピーク検出器は5節、menu 7 - peak および付録1に記されている。

注意 正確な結果を得るためにはテストクロマトグラムを行わなければならない。テストには試料中の成分を含む標準試料か、試料の一部を使用する。



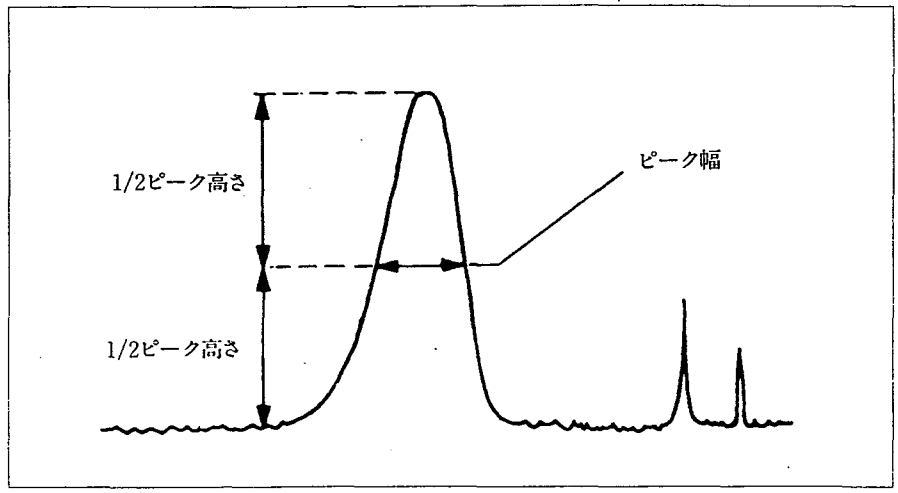
第5図 閾値の定義

閾値レベル

殆どのクロマトグラフィー操作ではベースラインは理想的なものではない。ノイズによりベースラインはしばしば乱れる。グラジエント法ではベースラインがドリフトすることもある。閾値レベルは、平均ベースラインからの最大のずれをプログラムすることによりベースラインノイズを排除するよう定義される。この方法は、通常のレベルセンサーと異なり閾値レベルをベースラインドリフトとは独立にする。

閾値レベルの値は次のようにして得られる。

1. モニター／検出器信号がレコーダー記録紙上で安定であることを確認する。
2. ディスプレーを閾値を表示するよう設定し、ESC を押す。
3. ディスプレー上で検出器信号の現在値を表示するようholdを押す。(‰FSD) (1%＝10‰)。
4. 少なくとも1分間ディスプレーを観察する。この時間中に現れる最大値、最小値を記録する。この2つの数値の差がノイズの振幅である。
5. 両者の差の3倍を安全の目安とする。得られた値を閾値レベルとしてプログラムすると、通常妥当である。



第6図 ピーク幅の定義

ピーク幅

ピーク幅は、分取したいピークの最も狭いピークのピーク高さの半分の位置の幅(半値幅)と定義される。従ってより狭い幅のピークは検出器からの電気的ノイズとして除かれる。

要するに、ピーク幅はピークの最小傾斜を計算するのに使用される。また、サンプリング時間、即ち計算のためどれくらいの頻度で検出器信号がサンプリングされるかを決める。サンプリング時間は半値幅の1/10である。例えば、幅が3分であれば検出器信号は18秒おきにサンプリングされる。設定できる最小ピーク幅は1秒であり、最大サンプリング速度は1/10秒である。

ピーク幅は実験的に以下のように決められる。

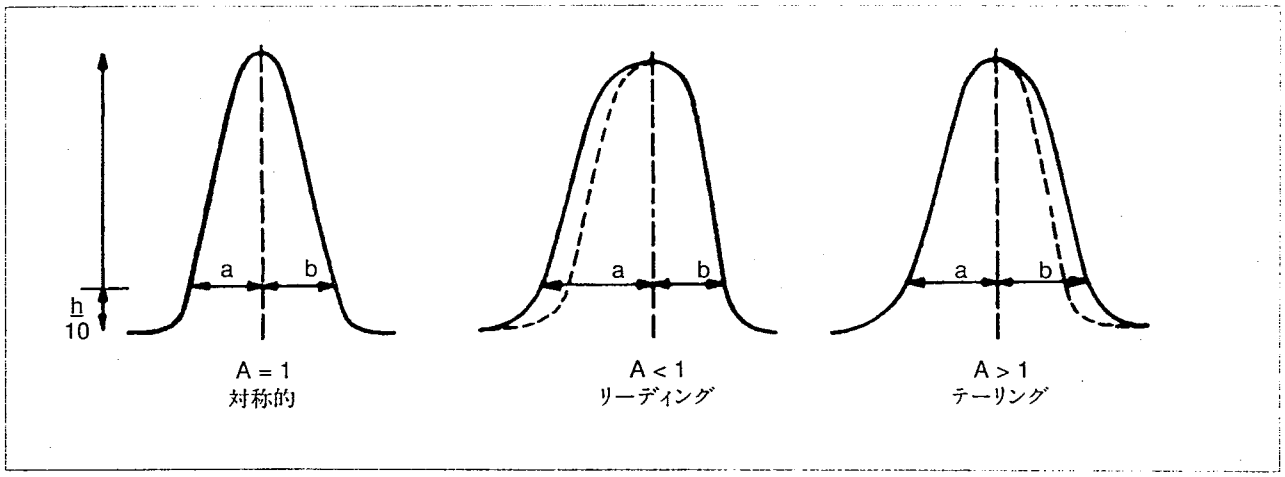
1. 試験クロマトグラムを行い、チャートからのピーク幅部分を時間単位に変換する。
2. ピーク幅をプログラムする。

殆どの場合、測定されたピーク幅は正確なピーク分割を与える。しかしながら、例えば高速HPLC/FPLCの場合のように負から正の勾配へ急速に変化する例外もある。このような例ではより多くの試験クロマトグラムを含むよう、ピークパラメーターを至適化しなければならない。一般則として、プログラムされたピーク幅は測定されたピーク幅の20-50%の範囲にある。閾値レベルはピーク幅の減少に比例して小さくすることが必要である。

イソクラティックポイント

イソクラティックポイントは、イソクラティックなスタンダードクロマトグラフィーに最初に用いられるオプションパラメーターである。このような例では、ピークは拡散効果のために溶離時間と共にしだいに幅広くなる。このことは傾斜が減少しピーク切り出しがより不正確になることを意味する。SuperFrac では、PEAK WIDTH(ピーク幅)を決定するのに用いられたピーク保持時間がイソクラティックポイントとしてプログラムされていれば拡散効果を補正することができる。

非対称効果
ピーク検出アルゴリズムは対称的ピークに基づいている。非対称ピークでは曲線の微分は理想的ピークのそれとは異なっている。このことは試験管送りが早すぎるか遅すぎることを意味する。もし大多数のピークが非対称的であるならば、非対称因子で補正することができる。非対称因子AはA= b/a で定義される。
この場合のピーク幅はピーク高さの1/10で測定される。 第7図参照。



第7図 非対称因子

4.2.3.2 レベル検知

レベル検知の原理は以下の通りである。吸光度が設定した値を越えた場合、溶出液はピークと見なされる。吸光度が設定した値以下に減少すると溶出液はピークでないと見なされ、3方バルブが接続されている場合は廃液へ分流する。もし3方バルブが接続されていなければSuperFrac は廃液サイズへ移る。
レベル検知の値は‰FSDで設定される。
分取パターンでの良好な感度は、数多くのクロマトグラフィー状況におけるレベル検知により得られる。しかしながら、ピーク検出と比較すると明かな限度がある。主な違いは、ベースラインがドリフトするグラジエント法ではレベル検知は自動的には補正されないことである。第5図参照。

4.2.4 ポンプ検量 - menu 8

4.2.4.1 流速検量

体積モードでは実験の前にポンプの検量を行わなければならない。この検量手順については5節 Menu 8 - ポンプ流速の検量参照。

4.2.5 プログラムの保存および呼出 - menu 9、0

4.2.5.1 プログラムの保存および呼出

SuperFrac には完全なアプリケーションプログラムを保存する9個のレジスターがある。
1次メモリーにあるプログラムはprogram store を押し、次いでレジスターの番号およびENTを押すことでセーブされる。program recall、レジスター番号を押し、次いでENTを押すとプログラムは呼び出され再使用できる。
これらのレジスターは、reset には影響されない。
reset は、前のメモリーをクリアするだけである。

5. プログラミング指針

前面パネルのディスプレーにはmenu、code、parameter value の3つのウインドウが含まれる。
ウインドウmenuには選択したパラメーターの値が表示される。例えばrackはウインドウでは1で表示される。
ウインドウのcodeはメニューのサブプログラムである。
ウインドウには現在のパラメーター値であるparameter value が表示される。
ml、drop、h:min、min:s のLED、1/60 FSIは実際のパラメーターに対する情報を与える。
peak、window、run、hold、stop、 のLED は現在の分画採取に対する情報を与える。

5.1 メニューの使い方

5.1 全メニューに関する完全指針

機能	メニュー	コード	コメント	パラメーター
ラック	1	1	ラックA	
		2	ラックB	
		3	ラックC	
		4	ラックD	
		5	ラックE	
		6	ラックF x-y軸は使用者により設定される。	
モード	2	1	容積	ml
		2	ドロップ	
		3	時間	h:min,min:s
分画数	3	—	試験管の本数	
分画サイズ	4	—	分画サイズ	
オプション	5	1	廃液サイズ	ml、ドロップ数、h:min min:s
		2	終了時間	h:min
		3	ディレイサイズ	ml、ドロップ数、min:s
		4	平衡化時間	h:min
		5	分取待期時間	h:min
		6	タイムスケール 1:サイズ*はmin:s、ウインドウはh:min 2:サイズ*、ウインドウ共にmin:s 3:サイズ*、ウインドウ共にh:min	
ウインドウ	6	1	ウインドウ番号	
		2	開始時間	h:min、min:s
		3	終了時間	h:min、min:s

機能	メニュー	コード	コメント	パラメーター
ピーク	7	1	ピークセット 0=無し 1=ピーク検出* 2=レベル検出	
		2	閾値	(%FSD)
		3	ピーク幅	min:s
		4	アイソクラティックポイント	h:min
		5	非対称性	
検量	8	–	定数	パルス/0.1ml
		–	体積	ml
呼出	9	–	プログラムの呼出し	1–9
保存	0	–	プログラムの保存	1–9

*ピーク検出を選択した場合、閾値およびピーク幅を設定しなければならない。
レベル検出を選択した場合には、閾値のみを設定する。

5.1.1 menu 1 - ラック

このメニューではA-Fの6つの異なったラックタイプを選ぶことができる。ラックタイプA-Eは、それぞれに対応するサイズの試験管と共に使用される。
ラックタイプFは液体が大きなバイアルまたは容器に採集される場合に使用される。使用する容器によって25の異なった位置をプログラムすることができる。異なった位置はデリバリードロップヘッドを動かすことによって定義される。キー1を押すとデリバリードロップヘッドは左へ、キー2は右へ、キー6は後方へ、キー7は前方へ移動する。
装置がRUNの状態にあるとき、プログラムされた位置のチェックはfeedキーを使って行われる。
ラックタイプFの再プログラミングはresetキーを押した後に行われる。

リセット後：

Display	Key	Comments
1 1 rA-	rack	Waiting for rack type 1-6, code flashes
1 1 rA-A	1	Rack type 1 chosen
	ENT	Automatic jump to menu 2

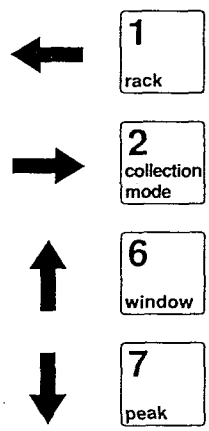
通常：

Display		Key	Comments
1 1	rA-A	rack	Waiting for rack type
1 3	rA-C	3	Type 3
		ENT	Automatic jump to menu 2
			or
	rdy	ESC	In home position

ラックタイプ6を選択した場合：

Display		Key	Comments
1 1	rA-A	rack	Waiting for rack type
1 6	rA-F	6	Type 6
1 6	1	ENT	Define tube 1 with the keys 1,2,6,7
1 6	2	ENT	Define tube 2 with the keys 1,2,6,7
1 6	3	ENT	Define tube 3 with the keys 1,2,6,7
1 6	4	ENT	Define tube 4 with the keys 1,2,6,7
1 6	5	ENT	
	rdy	ESC	Quit with escape. Automatic jump to menu 2

キー1.2.6.7 を使った時のデリベリードロップヘッドの方向：



5.1.2 menu 2 - 分取モード

分取モードでvolume、drop、timeを1、2、3を入力することによってそれぞれ選択する。volume モード(ml)では装置の検量を行わなければならない。プログラムされた検量常数のデフォルト値は10である。
dropモードでは最大流速は12 drop/秒である。
timeモードでは h:minまたはmin:sの選択は時間スケールの選択による。
5節、プログラミング指針 menu 5 - Optional参照。

リセット後：

Display	Key	Comments
2 1	mode	Code flashes
2 1	1	ml light on, collection by ml
	ENT	Automatic jump to menu 3

通常：

Display	Key	Comments
2 1	mode	Code flashes, ml light on
2 2	2	Drop light on, collection by drops
	ENT	Automatic jump to menu 3
		or
rdy	ESC	In home position

5.1.3 menu 3 - 分画数

ラックに挿入した試験管数を入力する。
ラックタイプA-E： プログラムされた分画数がラックタイプの最大試験管数より大きい場合、例えばラックタイプBに対し試験管数180本を越える場合、180分画が終了した後ドロップヘッドは自動的に試験管番号 1 に戻り、プログラムされた分画番号に達するまで分取を続ける。従って、分取のはじめに液の入った試験管を空の試験管に取り替えれば、プログラムされた分画数を終えることができる。
ラックタイプF： プログラムされた分画数はトレイ上の試験管を越えてはならない。最大25の位置がプログラムできる。

リセット後：

Display		Key	Comments
		fraction	
3	0	number	
3	4	4	Tube = 4
3	45	5	Tube = 45
		ENT	Automatic jump to menu 4

通常：

Display		Key	Comments
		fraction	
3	xxxx	number	Current value
3	9	9	Tube = 9
3	95	5	Tube = 95
		ENT	Automatic jump to menu 4
			or
	rdy	ESC	In home position
			or
3	xxxx	run	In RUN position, number of tubesrun processed

5.1.4 menu 4 - 分画サイズ

分画サイズが定義される。分取モードvolume、drops、time
volumeモードでサンプリングする場合はフラクションコレクターの検量が必要。menu8参照。
注意：検量がない場合、ディスプレー上には何等の指示やチェックコードも現れないので、フラクショクコレクターの検量を忘れないように。

リセット後：

Display		Key	Comments
4	0	fraction size	
4	4	4	Size = 4
4	45	5	Size = 45
	rdy	ENT	

通常：

Display		Key	Comments
4	xxxx	fraction size	Current value
4	9	9	Size = 9
4	95	5	Size = 95
	rdy	ENT	In home position or
4	xxxx	run	In RUN position, fraction size or
	rdy	ESC	In home position or
4	xxxx	run	In RUN position, fraction size

5.1.5 menu 5 - オプション

このメニューは以下のオプションパラメーターを含む。

廃液サイズ	code 1
終了時間	code 2
遅延時間	code 3
平衡時間	code 4
待ち時間	code 5
時間スケール	code 6

対応するコード番号の内容を入力しパラメーターを選択、ENTを押す。パラメーターウインドウにデフォルト値が表示される。
menuから抜け出すにはESCを押す（ディスプレーが5、2を表示しているときは終了時間は有効でない）。

Display		Key	Comments
5 1		optional	Waiting for codes 1-6
5 1	xxxx	ENT	Waste
5 2	99:59	ENT	End time
5 3	0	ENT	Delay
5 4	00:00	ENT	Equilibration time
5 5	00:00	ENT	Wait
5 6	1	ENT	Time scale
	rdy	ENT	In home position
			or
4	xxxx	run	In RUN position, fraction size
			or
			Escape from all except end time:
	rdy	ESC	In home position
4	xxxx		In RUN position, fraction size
			Escape from end time:
	rdy	ENT, ESC	In home position
5 2	xxxx	ESC	In RUN position, current end time

5.1.6 munu 6 - ウインドウ

9個の異なった時間ウインドウまでプログラム可能。menuから抜け出すにはESCを押す。9個の時間ウインドウがすべてプログラムされたとき、ホームポジションへの復帰は自動的である。
ウインドウは時間 h:minまたはmin:sでプログラムされる。いずれの時間ベースであるか、LEDが表示する。
2つのプログラミングの例が以下に記される。ウインドウ1は3分で開始し5分で終了する。ウインドウ2は7分で開始し9分で終了する。

Display		Key	Comments
6 1	1	window	Time window no. 1
6 2	00:00	ENT	Start time window
6 2	00:03	3	Start = 3
6 3	99.59	ENT	Stop time window
6 3	00:05	5	Stop = 5
6 1	2	ENT	Time window no. 2
6 2	00:00	ENT	Start time window
6 2	00:07	7	Start = 7
6 3	00:00	ENT	Stop time window
6 3	00:09	9	Stop = 9
6 1	3	ENT	Time window no. 3
		ESC	Leave the menu
	rdy		In home position
			or
4	xxxx	run	In RUN position, fraction size

ウインドウ削除：
時間ウインドウが必要でなくなったとき、削除できる。以下の例は時間ウインドウNo.3の削除方法である。

Display		Key	Comments
6 1	1	window	Window number 1
6 1	3	3	Window number 3
6 1	3	CE	Clears the window
		ESC	Leaves the menu
	rdy		In home position or
4	xxxx	run	In RUN position, fraction size

5.1.7 menu 7 - ピーク

ピーク検出とレベル検知を定義する。キー7 peakを押し、パラメーター0、1、2のいずれかを選択する。
0はピーク／レベル機能がプログラムされていないことを意味する。
1はピーク検出機能がプログラムされていることを意味する。
2はレベル検知機能がプログラムされていることを意味する。
1または2を入力後、フラクションコレクターはさらに情報を求めてくる。以下を参照。

ピーク検出およびレベル検知が必要でない場合：

Display		Key	Comments
7 1	0	peak	No peak and level
	rdy	ENT	

ピーク検出が必要なとき：

Display		Key	Comments
7 1	0	peak	Press 1
7 1	1	ENT	Peak detection chosen
7 2	1	ENT	Threshold (1=default value)
7 3	00.01	ENT	Width
7 4	00.00	ENT	Isocratic point
7 5	1.0	ENT	Asymmetry
	rdy	ENT	

レベル検知が必要なとき：

Display		Key	Comments
7 1	0	peak	Press 2
7 1	2	peak	Level sensing chosen
7 2	1	ENT	threshold (1=default value) set threshold value in ‰ FSD
	rdy	ENT	

閾値レベルの定義：
ディスプレーが定義された閾値を示しているときESCを押すと、フラクションコレクターはアナログ入力からの現在値を表示する。4.2.3節参照。これを行うためには装置は**hold**の位置にいなければならない(holdのLEDが点灯)。
stopを押した場合、現在値がディスプレー上に固定される。
この操作は、ピーク検出(code 1)またはレベル検知(code 2)が選択されていても有効である。

Display		Key	Comments
7 1	2	peak	Level
7 2	200	ENT	Defined value
7 2	xxxx	ESC	Current value measure

5.1.8 menu 8 - 流速検量

体積モードで検量が行われる場合、フラクションコレクターのデリバリーアームの動きは接続されているポンプ、例えばMicroPerpex Pump、Pump P-1等のパルスで制御される。

ポンプへの接続

MicroPerpex Pumpや2248および2150等のHPLCポンプは背面パネルのPUMP inputへ接続される。

Pump P-1、P-500、P-6000は背面パネルのFRAC 1/0 inputへ接続される。

注意：検量常数は一つだけプログラム出来るので、1台を越えるポンプを接続してはならない。その他のポンプも同様にして接続し、検量することができる。

ポンプ検量

ポンプの検量は2つの異なった方法で行われる。

1. 常数を用いる検量
2. メスシリンダーを用いる自動検量

1. 常数を用いる検量

この場合は既にしられている常数Kを入力して行われる。Kは0.1ml当たりのパルス数で表され、1≦K≦3276の範囲に限られる。

この検量には以下の検量常数が有用である。

表4 SuperFrac 検量のための検量値

Designation		Calibration constant "K" pulses/0.1 ml	Maximum flow rate at maximum frequency
Pump P-500		110	499 ml/h at 153 Hz
Pump P-6000		45	99.9 ml/h at 749 Hz
Pump P-1	K must be determined.		max flow at 215 Hz
MicroPerpex	K depends on the tubing used.		max flow at 140 Hz
HPLC 2248 Pump,	10 ml	90	10 ml/min at 150 Hz
	50 ml	18	50 ml/min at 150 Hz
HPLC 2150 Pump,	5 ml	180	5 ml/min at 150 Hz

検量はSuperFracがホームポジシュンにあるときに可能である。下記の例参照。

Display		Key	Comments
8	xxxx	calibrate	Display shows actual constant
8	3	3	Enter constant, e.g. K=380
8	38	8	
8	380	0	
	rdy	ENT	Calibration ready

エラーメッセージ/チェックコード：

Display		Comments
8	Err	**K** outside the limit

2.メスシリンダーを用いる自動検量

ポンプ配管チューブを溶出液容器につなぎ、液体で満たす。ポンプをSuperFracに接続しRUNの位置にセットする。

SuperFracの基本プログラムを実行する。体積モードを選択。

メスシリンダーを配管チューブ出口に置き、キー **calibration flow rate** と **hold**を押し検量を開始する。

SuperFracはポンプからのパルスをカウントする。約10mlの液体を集め検量を終える。集められた容積を入力しENTを押す。SuperFracは検量常数 **K=P/V** (パルス数／ml)を計算する。ここで**P**はカウントしたパルス数、**V**は容積(ml)である。これでSuperFracの検量は完了する

Display		Key	Comments
8	xxxx	calibrate	Display shows actual constant
8	CAL	hold	Start calibration
8	0	stop	Stop calibration
8	1	1	Enter volume, e.g. 10.5 ml
8	10	0	
8	10.	.	
8	10.5	5	
	rdy	ENT	Calibration ready

エラーメッセージ／チェックコード：

Display		Comments
8 1	Err	Volume gives **K** outside the limit
8 2	Err	**P** = 0 or "overflow"

5.1.9 menu 9 - 呼出

保存されたプログラムはチェック、または変更のため呼び出すことができる。

空のメモリーが呼び出されたとき、Err が表示される。

Display		Key	Comments
9	1	recall	Choose program/memory 1-9
9	2	2	
	rdy	ENT	Program/memory 2 recalled or
	rdy	ESC	Leave without recalling program/memory

5.1.10 menu 0 - 保存

メモリー1-9にプログラムを保存

Display		Key	Comments
0	1	store	Choose program/memory 1-9
0	5	5	
	rdy	ENT	Program/memory 5 stored
			or
		ESC	Leaves without storing
	rdy		In home position
4	xxxx		In RUN position, fraction size

5.2 パラメーター値の変更方法

パラメーター値の変更には2つの方法がある。

1. キーに偶然触れたり、間違った値を選択した場合、その値を2次メモリーへ移送する前に、以下の様にして修正することができる：
   CE(入力クリア)を押す、新しい値を設定しENTを押す。
2. 数値がすでに2次メモリーに保存されてしまった場合、以下のようにして修正できる。
   パラメーターキーを押し、次いで新しい数値を入れENTを押す。
   注意：ラックタイプ、分取モード、検量常数以外のパラメーターはrunの間に変更可能。

パラメーターの変更：

Display		Key	Comments
5 1		optional	Waiting for codes 1-6
5 3		3	Chosen delay value
5 3	0	ENT	
5 3	5	5	Delay = 5
5 4	00:00	ENT	Equilibration time
	rdy	ESC	In home position
			or
4	xxxx	run	In RUN position fraction size

5.3 運転中のパラメーター値の表示方法

分画数(試験管数)、ウインドウ内の分画サイズ、ウインドウ外の廃液サイズ、ピーク閾値、終了時間等のパラメーターを表示することができる。

1. パラメーターに対するプログラムされた値を表示するためにパラメーターキーを押す。
2. ESCを押すと現在値が表示される。

5.4 保存プログラムの変更方法

保存されたプログラムは変更できるが、消去することはできない。
例えば、基本プログラムシーケンスと、ウインドウとピーク検出を含む保存されたプログラムを基本プログラムシーケンスのみを含む新しいプログラムに変更しなければならない。

1. 9(プログラム呼出)を押す。
2. 変更するプログラムを選択する。例えばプログラム 4
3. 11rA-ディスプレーに現れるまでresetを押す。
4. 基本プログラミングシーケンスに対する新しいパラメーターを入力する。
5. プログラム保存： 0 を押す。
6. プログラム 4 を選択しENTを押す。

更新したプログラムは基本プログラミングシーケンスに対するパラメーターのみを含んでいる。

5.5 小数点コマンドキーの使い方

体積モードで採取する場合、分画サイズの小数点 2 桁までの精度、例えば10、10.0、10.00で定義することが可能である。
分画サイズに対して選ばれた値、例えば10.0は廃液サイズおよびディレイサイズの精度も決定する。

注意：1. 小数点は分画サイズとCALにのみ使用できる。
2. 廃液サイズとディレイサイズは分画サイズと同じ小数点以下の桁数を使用する。
3. SuperFracがランしている間は小数点を変更することはできない。

5.6 チェックコード

Code		Comments
XX	Err	Parameter value not valid
8 1	Err	Volume gives **K** outside the limit
8 2	Err	**P** = 0 or "overflow"
8 3	Err	Faulty calibration
9	Err	Attempt to store an empty program

6.リモートコントロール

6.1 繰り返し分取

操作コマンド(start, stop等)は15ピンコネクターを介して制御することができる。
さらに、SuperFracがコントローラーに接続されているときは調製用分取のためのループを実行することができる。
ループに使用される試験管数は、分画サイズで割ったコントローラーにプログラムされたグラジエント時間によって決まる。常にフラクションコレクターにその最大の試験管数、例えばラックタイプBに対し180本の試験管を乗せること。

6.1.1 FPLCコントローラーに接続したSuperFrac

SuperFracがGP-250 PlusまたはLCC-501 Plusに接続されたとき、繰り返し分取に対する4つの特別なコマンド(ループまたはリンクループ)がある。

1. STRT LOOPはrunに対応する。STRT LOOPコマンドが与えられた場合、デリバリードロップヘッドはループの最初の試験管に進む。
2. NEW LOOPコマンドはデリバリードロップヘッドを、NEW LOOPの最初の試験管の背後の廃液トレー上に再配置する。
3. RETURN LOOPはデリバリードロップヘッドを実際のループの最初の試験管の背後の廃液トレー上に再配置する。
4. RETURNはデリバリードロップヘッドをホームポジションへ再配置する。

Part II、応用例も参照。

6.1.2 HPLCコントローラーに接続したSuperFrac

SuperFracがLC Controller 2252に接続された場合、ループまたはリンクループはコントローラー中のグラディエントプログラムにしたがってSuperFracによって自動的に実行される。
Part II、応用例も参照。

7.保守

フラクションコレクターは清潔に保ち、こぼれた液体は乾燥して析出物が生じる前に拭き取って置かなければならない。
電源コード、ドロップカウンター、フローストッパーケーブルはもちろん、テフロン配管チューブも劣化や傷がないか、定期的に目で確かめなければならない。
ドロップカウンターは柔らかい紙(Kleenex ティッシュ)で穏やかに掃除する。人差指にティッシュを巻き、ドロップカウンターに挿入し数回左右に回す。

8.トラブルシューティング

前面パネルのディスプレーが点灯しない。
以下の点を確認：

1. 電源にコードが接続されているか。
2. メインスイッチがonになっているか。
3. メインスイッチセレクターが電源に対して正しい位置にあるか。
4. フューズがきれていないか。トランス上の内部フューズを点検するときは、装置と電源の接続を外すこと。

9.技術仕様

ラック容量	ラックA：試験管本数 312、12-13㎜ ラックB：試験管本数またはシンチレーションバイアル数180、16-18㎜ ラックC：シンチレーションバイアル数 84、28㎜ ラックD：シンチレーションバイアル数 120、16-18㎜ ラックE：シンチレーションバイアル数 60、28㎜
分取モード：	
時間分取	1s間隔で1sから99min59sまたは 1min間隔で1minから99h59min
容積分取	1分画あたり8μl(付属チューブで50μl)から10l
ドロップ分取	1ドロップ間隔で1から99ドロップ
最高ドロップ速度	12ドロップ／秒
ステップ遅延	1sから99min59sまで(時間モード) 1-9999ドロップ(ドロップモード) 8μlから10l(容積モード)
試験管送り時間	ラックA　：250ms ラックB　：400ms ラックC　：600ms ラックD　：440ms ラックE　：660ms ラックF　：20ms/㎜ x:y方向に移動
待ち時間	lsから99min59s
自動遮断	設定した試験管数、終了時間、平衡終了時間後、周辺機器は遮断される。
イヴェントマーク	ls±10%でコレクター出力開
時間ウインドー	9個、1から99:59 hour:minまたはmin:sの範囲で、それぞれの開始、終了時間でプログラム可能。
プログラムメモリー	9個の完全なプログラムを保存
メモリーバックアップ	Li-バッテリー
終了時間	1minから99h59minまで
平衡時間	1minから99h59minまで、終了時間で立ち上がる
傾斜検出	閾値(1から999‰FSD)および1/2高さでのピーク幅(1sから99min59s)
非対称補正	0.1から99.9まで調整可能、ピーク高さの1/10で定義
イソクラティックピーク広がり補正	0.00から99.59h/minまで調整可能、ピーク高さの1/10で定義
外部制御	LCC-501 Plus、GP-250 Plus、LC Controller 2252と交信： Run、Return、Pause、Feed、Start loop、 New loop、Return loop Flow Wing Control:大容積流量計入力
運転温度範囲	4-40℃
必要電源電圧	100、115、120、220、240V±10%、50/60Hz
消費電力	すべての周辺機器が接続されている場合、最大45W
寸法(幅×奥行×高さ)	550×330×430㎜
正味重量	18.5kg
全体重量	23kg

耐薬品性

液体と接触するパーツはドロップノズル、ラック、トレイ、廃液容器である。底板も漏れやこぼれにさらされる。ドロップノズルは耐薬品性にすぐれた高分子量樹脂Rytonでつくられている。底板はラミネートされ、耐薬品性がある。その他の接液箇所はポリプロピレン製である。下記の表にポリプロピレンとRytonの耐薬品性がまとめられている。これらのデータは製造業者から提供されたもので、その妥当性についてファルマシアLKBが保証するものではない。

表5 耐薬品性 (P37Table5を入れる)

溶媒	材料	
	ポリプロピレン	RYTON
酢酸	+	+
無水酢酸	+	
アセトン	+	+
アセトニトリル	-	+
酢酸アンモニウム	+	+
アミルアルコール	+	+
ベンゼン	0	+
酢酸	0	+
n-ブチルアルコール	+	+
ほう酸	+	+
酪酸	+	
四塩化炭素	-	+
クロル酢酸	+/0	
クロロホルム	-	+
クロロスルフォン酸	-	-
シクロヘキサン	-	+

溶媒	材料	
	ポリプロピレン	RYTON
ジエチルベンゼン	-	
ジメチルフォルムアミド	+	+
エーテル	-	+
酢酸エチル	+	+
エタノール	+	+
エチレングリコール	+	+
エチレンオキサイド	-	
蟻酸、50%	+	+
グルコース	+	
ヘプタン	-	+
ヘキサン	-	+
塩酸 20%	+	+
塩酸 37%	+	+
ふっ化水素酸	+	+
過酸化水素	+	0
イソブチルアルコール	+	
酢酸イソプロピル	0	
イソプロピルアルコール	+	
メチルアルコール	+	+
酢酸メチル	+	+
塩化メチル	-	
硝酸 1-10%	+	+
しゅう酸	+	
過塩素酸	-	
重クロム酸カリ	+	+
ピリジン	+	
重亜硫酸ナトリウム	+	+
塩化ナトリウム	+	+
水酸化ナトリウム 10%	+	+
水酸化ナトリウム 50%	+	+
次亜塩素酸ナトリウム	+	
硫酸 1-6%	+	+
硫酸 6-60%	+	+
テトラヒドロフラン	-	+/0
トルエン	0	+
トリクロロエタン	-	
トリクロロエチレン	-	+/0
尿素	-	
キシレン(室温)	0/-	+

+ 耐薬品性に非常に優れる
0 耐薬品性が良い
- 耐薬品性が悪い

10. アクセサリーおよびスペアーパーツ

以下の指定およびコード番号にしたがってスペアーパーツ、アクセサリーを注文してください。

Designation	Code No.	No.per pack
Rack A, 12-13 mm	18-1010-20	12
Rack B, 16-18 mm	18-1010-21	9
Rack C, 28 mm	18-1010-22	6
Rack D, Wallac, 6 ml vials	81-0151-10	10
Rack E, Wallac, 20 ml vials	81-0151-09	10
Rack tray	80-1071-43	1
Wallac rack tray, stainless steel for SuperFrac	80-1071-55	1
Waste trough	80-1071-44	1
HiFlo rack kit, rack type C, for large-volume collection into any vessel	80-1071-40	1
Flow Stopper Valve	80-1066-41	1
3-way valve	80-1066-42	1
Dual column adaptor	80-1071-50	1
Fuse 600 mA,110/120 V	80-1040-71	10
Fuse 315 mA, 220/240 V	80-1018-69	10
Fuse Cap, US	80-1019-98	1
Fuse Cap, Eu	80-1019-97	1

第2部

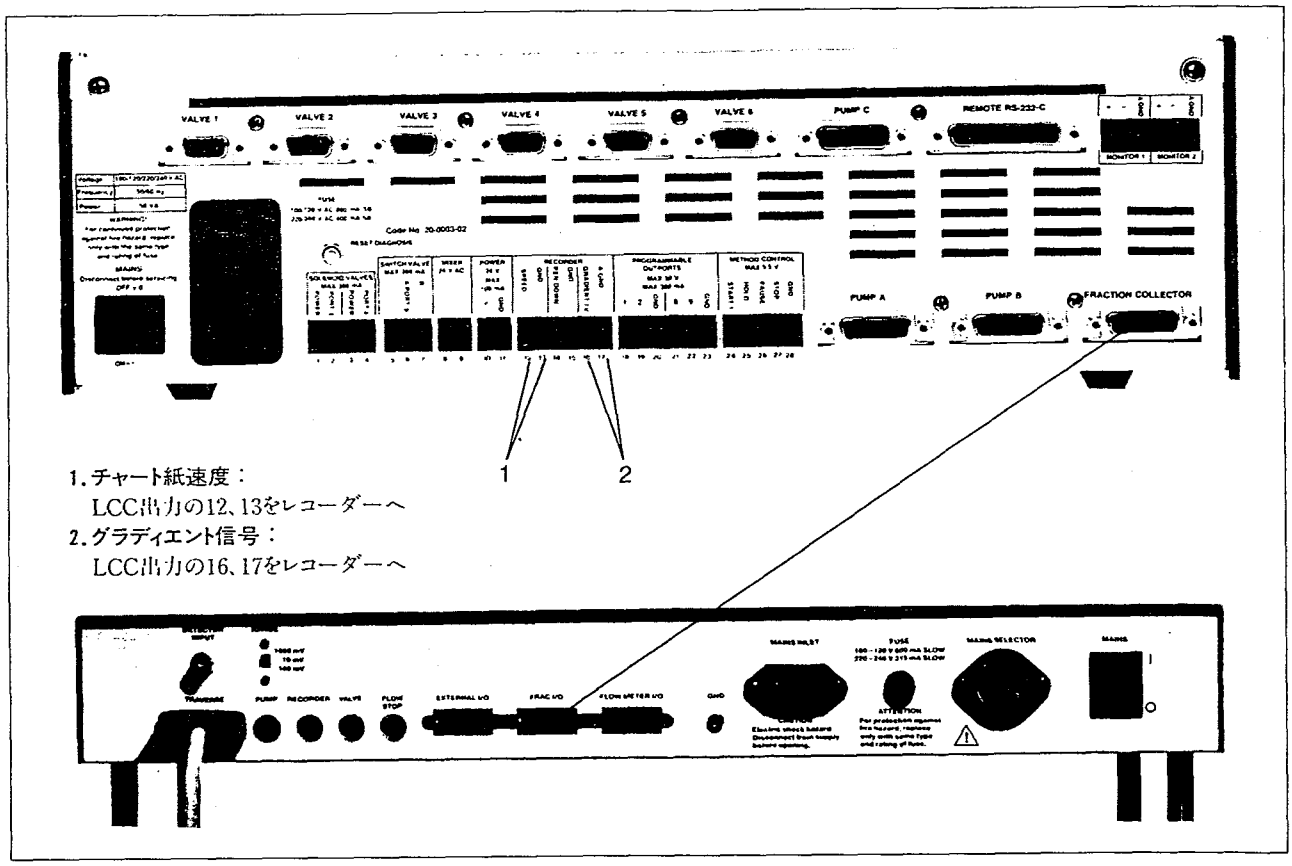
1. 繰り返し分取の応用

操作コマンド(start、stop等)は15ピンコネクターを介して制御される。さらに、SuperFracがコントローラーに接続されるとき、調製用分画分取のためのループを実行することができる。

1.1 LCC-501 Plusに制御されたSuperFrac

1.1.1 一メソッドのリサイクリング

一メソッドのリサイクリングのためには、SuperFracは第8図に示す様にLCC-501 Plusに接続される。
Code No. 19-6005-02のケーブル使用のこと。



第8図 SuperFracのLCC-501 Plusへの接続

この方法ではLCC-501 Plusのポート6、7がフラクションコレクターへ接続される。これは通常の手順である。
この方法をプログラムした際、最後に、LCC-501 Plusがこの方法を再度(新しいループ)スタートするとき、デリバリードロップヘッドがスタート位置に戻れるほど充分に長いことを確認することが重要である。

以下の、このような方法のプログラム例参照。
プログラミング方法についてはLCC-501 Plus、GP-250 Plusの取扱説明書参照。

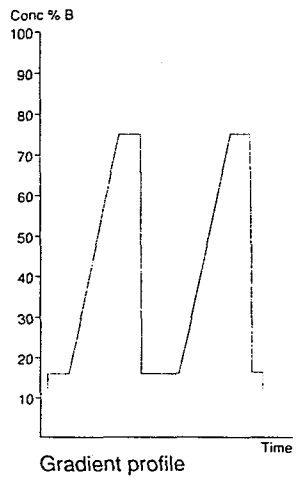
```
METHOD 4          BANK 1

0.00    CONC %B    15.0
0.00    ML/MIN      0.10
0.00    CM/MIN      2.00
0.00    PORT. SET   6.1*
0.60    CONC %B    15.0
1.80    CONC %B    75.0
2.30    CONC %B    75.0
2.40    CONC %B    15.0
2.60    PORT. SET   6.0**
2.60    PORT. SET   7.1
2.65    PORT. SET   7.0

METHOD 5          BANK 1

0.00    LOOP TMS    2
0.00    CALL MET    4.0
0.05    END OF LOOP
```

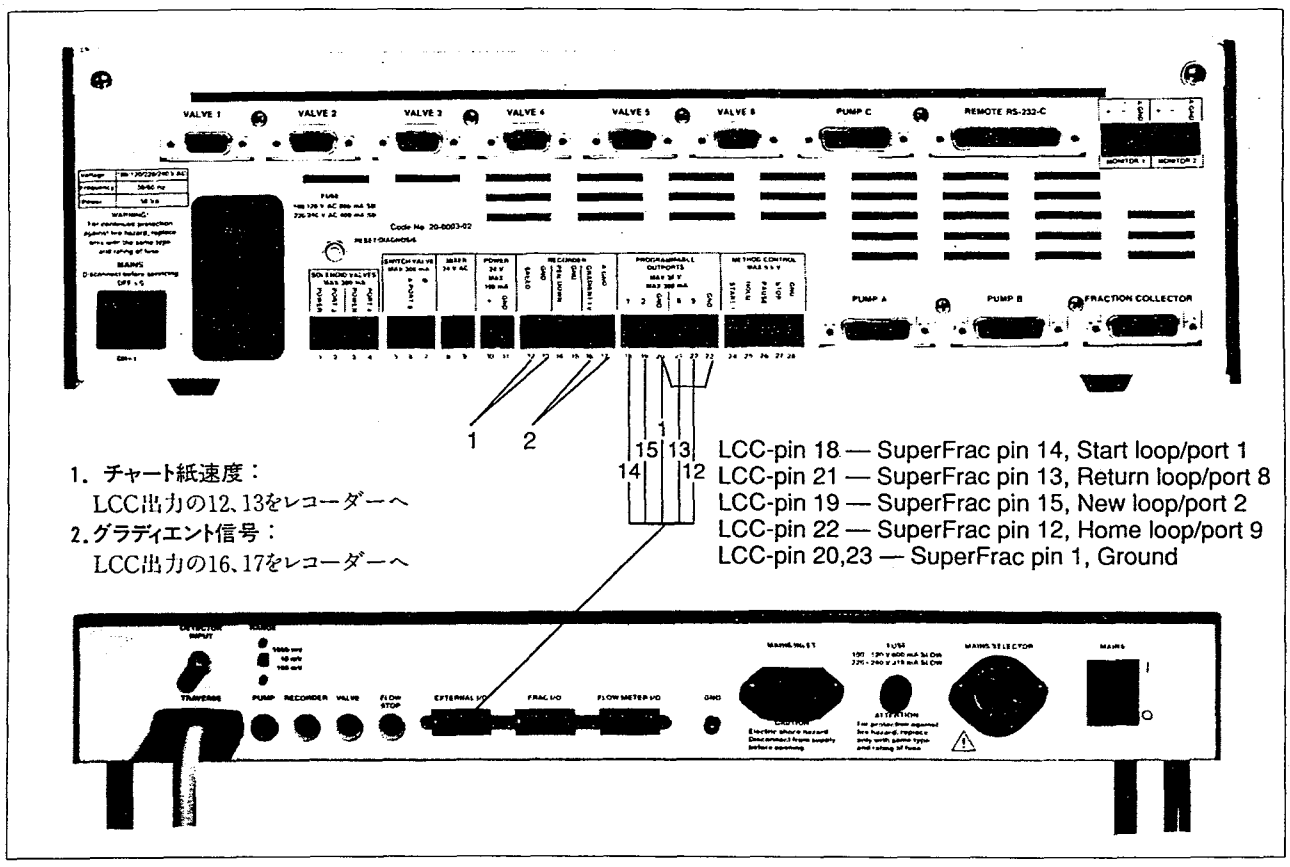
* run
** end of run



Gradient profile

1.1.2. リンクメソッドのリサイクリング

リンクメソッドのリサイクリングのためには、SuperFracは第9図に示されるようLCC-501 Plusに接続される。
Code No. 18-5002-09ケーブル使用のこと。



第9図 SuperFracのLCC-501 Plusへの接続

コントローラーが次のループを開始するときは、SuperFracは ready の位置にいなければならない。
以下の例はリンクメソッドのリサイクリングを示す。
注意：リンクメソッドはポート1、2、8、9が極性0を持つときのみ実行される。極性はコントローラーの検量ブロック中で設定される。

METHOD 1 BANK 3

0.00	CONC %B	20.0
0.00	ML/MIN	0.20
0.00	CM/MIN	1.00
0.00	PORT. SET	1.1
0.10	PORT. SET	1.0
0.60	CONC %B	20.0
2.10	CONC %B	85.0
2.50	CONC %B	85.0
2.60	CONC %B	20.0
3.00	PORT. SET	8.1*
3.10	PORT. SET	8.0*

* gives return loop

METHOD 8 BANK 3

0.00	CONC %B	20.0
0.00	ML/MIN	0.20
0.00	CM/MIN	1.00
0.00	PORT. SET	1.1
0.10	PORT. SET	1.0
0.60	CONC %B	20.0
2.10	CONC %B	85.0
2.50	CONC %B	85.0
2.60	CONC %B	20.0
3.00	PORT. SET	2.1*
3.10	PORT. SET	2.0*

* gives new loop

METHOD 2 BANK 3

0.00	CONC %B	10.0
0.00	ML/MIN	0.30
0.00	CM/MIN	1.00
0.00	PORT. SET	1.1
0.10	PORT. SET	1.0
0.80	CONC %B	10.0
1.20	CONC %B	50.0
1.70	CONC %B	50.0
1.80	CONC %B	10.0
2.00	PORT. SET	8.1*
2.10	PORT. SET	8.0*

*gives return loop

METHOD 3 BANK 3

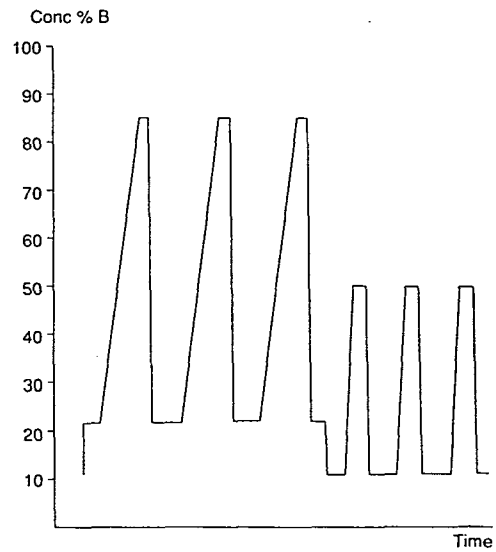
0.00	CONC %B	10.0
0.00	ML/MIN	0.30
0.00	PORT. SET	1.1
0.10	PORT. SET	1.0
0.80	CONC %N	10.0
1.20	CONC %B	50.0
1.70	CONC %B	50.0
1.80	CONC %B	10.0
2.00	CONC %B	10.0
2.00	PORT. SET	9.1*
2.10	PORT. SET	9.0*

* returns SuperFrac to home position.

METHOD 4 BANK 3

0.00	LOOP TMS	2
0.00	CALL MET	1.0
0.10	END OF LOOP	
0.20	LOOP TMS	1
0.20	CALL MET	8.0
0.30	END OF LOOP	
0.30	LOOP TMS	2
0.30	CALL MET	2.0
0.40	END OF LOOP	
0.40	LOOP TMS	1
0.40	CALL MET	3.0
0.50	END OF LOOP	

The linked method, METHOD 4

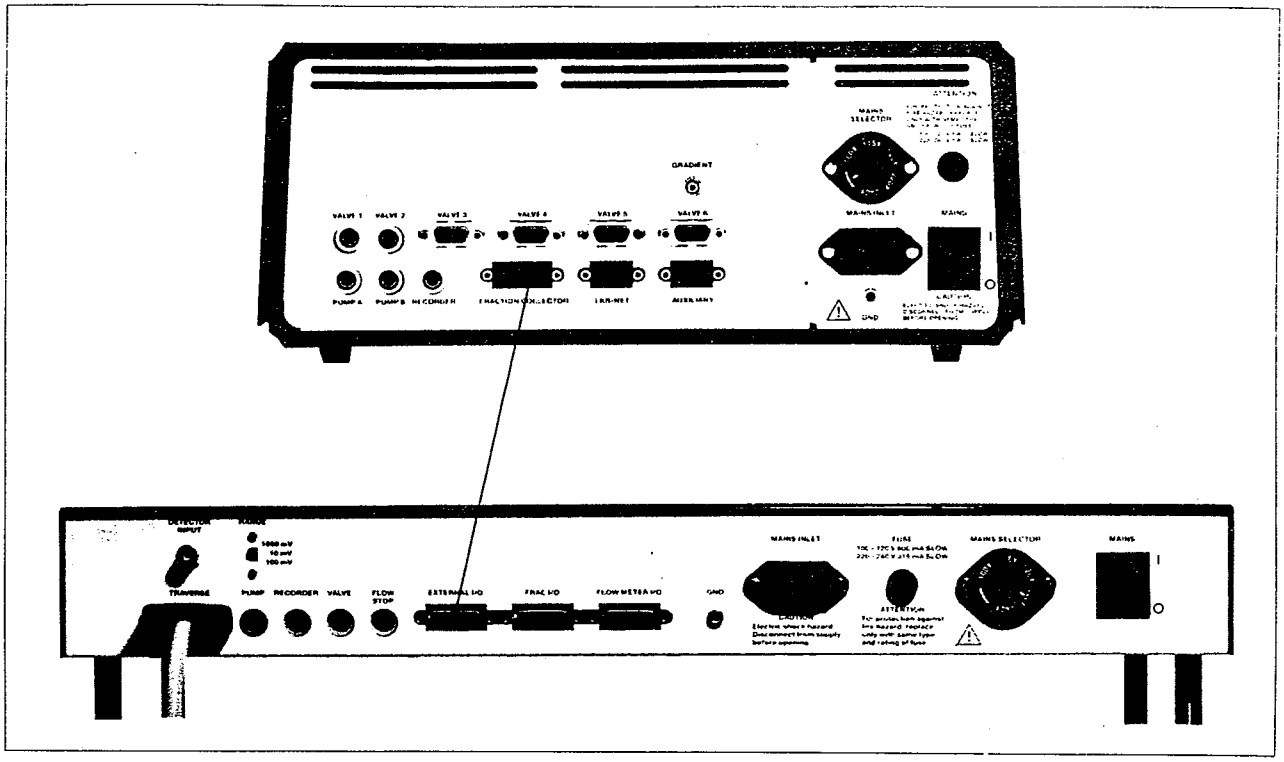


Gradient profile for linked methods

1.2 LC Controller 2252に制御されたSuperFrac

1.2.1 一メソッドまたはリンクメソッドのリサイクリング

一メソッドまたはリンクメソッドのリサイクリングのためには、SuperFracは第10図に示されるようLC-Controller 2252に接続される。3MネジでCode No. 19-6005-02ケーブルを使用のこと。



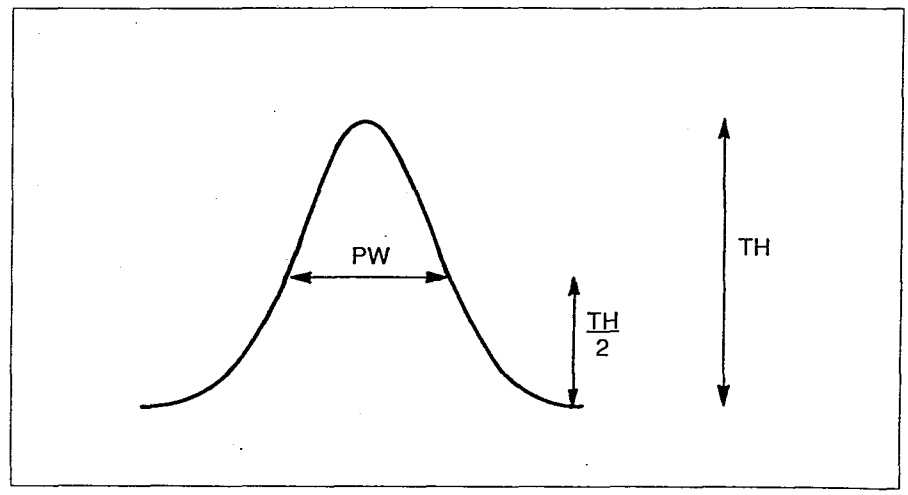
第10図 SuperFracのLC Controller 2252への接続

ループで分画を得るためには、SuperFracの終了時間がコントローラーにプログラムされたグラジエント時間より長いことを確認。
ループまたはリンクループ分画のプログラミングのためには、LC Controller 2252の取扱説明書参照。

1. 付録

1.1 ピーク検出器

SuperFracのピーク検出器は、実際の実験でのクロマトグラフィーピークの傾斜とプリセットされた理想的な曲線であるガウス曲線の傾斜とを連続的に比較している。
ピークの基準は、勾配がガウス曲線の勾配を越えなければならないことである。
ガウス曲線はピークと見なされる最小のピークに対応しなければならないが、それは逆にクロマトグラフィー実験で目的とするもっともせまいピークに対応する。



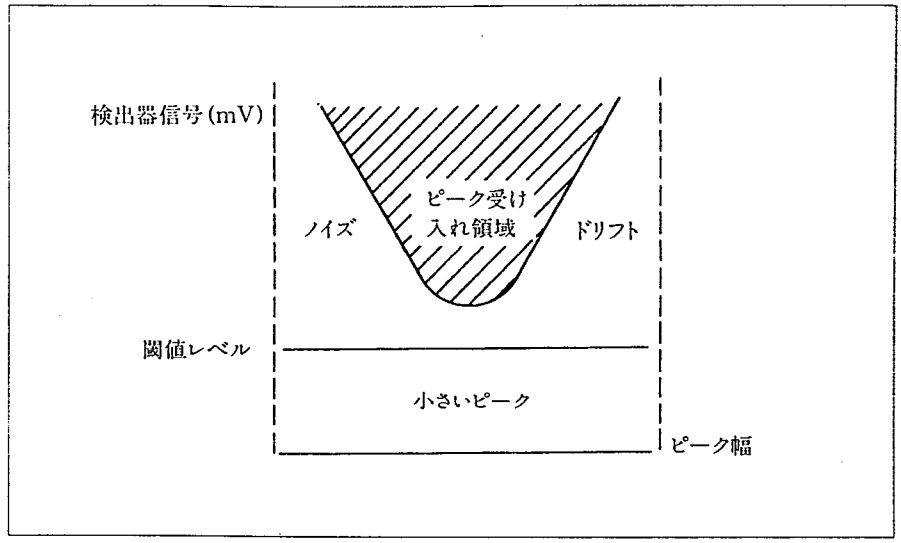
第11図ガウス曲線

この最も狭いピークはピーク高さ、閾値(TH)、ピーク半値高さにおけるピーク幅(PW)をもつ。
ガウス曲線の単純化した式は

$$y(x) = TH\, e^{-\frac{x^2}{2\sigma}}$$

最大一次微分は x=PW/2、 y=THにあり、TH/PWに比例する。
従って、PWとTHをプログラムした後、SuperFracはガウス曲線と最大一次微分 f'(t)を計算する。
実験の間、検出器出力信号が取り込まれる。同時に取り込まれた5つのサンプリング時間値が、最小自乗法による二次多項式 g(t)を近似するのに使われる。微分値 g'(t)がその時間の中間値に対して計算される。
各サンプリング時間の後、微分値とともに多項式が再計算される。
そこで、少なくとも2つのサンプリング時間で実際の傾斜が理論値より大きい場合、即ち
g'(t)＞f'(t)である場合、信号はクロマトグラフィーピークと見なされる。
もし実際の傾斜が理論値より小さければ、対応する負の値が比較される。したがって、もし
g'(t)＜f'(t)であれば信号は負のピークと見なされるが、このことはSuperFracが示差屈折計からの信号も処理できることを示している。

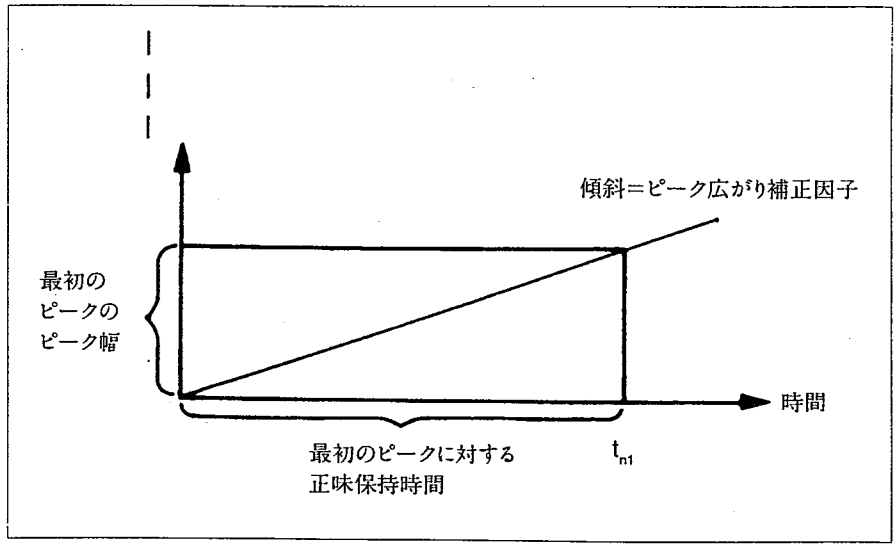
ピークとして受け入れられるためにはTH/PWは与えられた値を越えなければならない。これは下の図にまとめられている。THが対照とする最も小さいピークの値より低ければ、信号は常にベースラインノイズと見なされる。高いPW値はベースラインドリフトと見なされ、高いTH値は電気的乱れと見なされる。TH/PWが充分高い傾斜の領域のみがピークに対応する。



第12図 ピーク評価

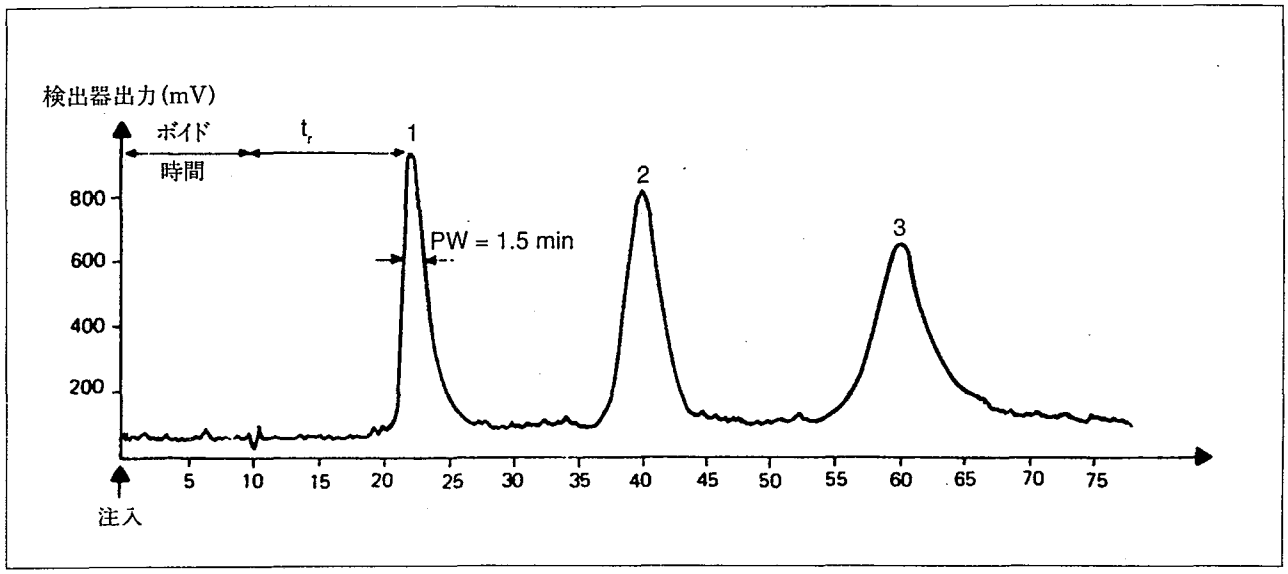
ピークの拡散が大きい実験では、バンドの広がりの結果としてTHは減少しPWは増加する。このとき、真のピークがベースラインのドリフトと見なされる危険がある。すべてのピークを対照とする最も狭いピークの保持時間と関連づけることによって、この問題は解決する。

傾斜$=\frac{\text{保持時間}}{\text{PW.}}$がSuperFracでは補正因子として使用される。



第13図 イソクラティック点の定義

1.2 さらに進んだプログラミング



第14図 クロマトグラムの実例

第14図参照

1. peak+1+ENTを押す。
   ディスプレーは72xx.xxを表示する。
   ※最高、最低ノイズ値間でベースラインは15mVの差がある。閾値を45mVに設定。
2. 4+5+ENTを押す。
   ディスプレーは73xx.xxを表示
   ピーク番号1に対するピーク幅は1分30秒
3. 1+3+0+ENTを押す。
   ディスプレーは74xx.xxを表示
   ピークの広がりが顕著。クロマトグラフィーシステムにおけるボイド体積に対応する溶離時間は10分。
4. 1+2+ENTを押す。
   ディスプレーは751.0を示す。
   ピーク番号1、2は特にテーリングしている。
   ピーク1について非対称因子を計算
   A=b/a=3/1=3
5. 3+ENTを押す。
   ボイド体積を除くためには、ボイド体積に対応する持ち時間を設定する。ボイド時間は10分。
6. 5(オプション)+5+ENT+1+0+ENT+ESC(ENT)を押す。

GE imagination at work

GEヘルスケア バイオサイエンス株式会社

本　社　〒141 東京都品川区上大崎4-5-37　☎(03)3492-9481
大　阪：〒532 大阪市淀川区西中島5-14-5　☎(06) 305-3484
名古屋：〒466 名古屋市昭和区阿由知通4-13　☎(052)853-7701
福　岡：〒812 福岡市博多区東比恵3-4-2　☎(092)413-4261
筑　波：〒305 つくば市吾妻3-9-17　☎(0298)55-7625
神奈川：〒243 厚木市水引2-12-29　☎(0462)24-2760

取扱店

92. 9. 3 L